

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :

**2 293 566**

(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

**N° 75 36263**

(54)

**Vitrage antifeu.**

(51)

Classification internationale (Int. Cl.<sup>2</sup>).

**E 06 B 5/16; C 03 C 27/12; E 04 B 1/94.**

(22)

Date de dépôt ..... 25 novembre 1975, à 10 h 30 mn.

(33) (32) (31)

Priorité revendiquée : *Demande de brevet déposée en République Fédérale d'Allemagne  
le 3 décembre 1974, n. P 24 57 037.4 au nom de Flachglas Aktiengesellschaft  
Delog-Detag.*

(41)

Date de la mise à la disposition du  
public de la demande .....

**B.O.P.I. — «Listes» n. 27 du 2-7-1976.**

(71)

Déposant : **BFG GLASSGROUP, résidant en France.**

(72)

Invention de : **Walther Hentzelt, Hans-Henning Nolte et Wolf von Reig.**

(73)

Titulaire : *Idem* (71)

(74)

Mandataire :

D

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention — 75732 PARIS CEDEX 15

La présente invention concerne un vitrage anti-feu comprenant une première feuille en matériau vitreux, ainsi qu'au moins une seconde feuille.

Lors de la construction de bâtiments, on utilise

5 souvent des panneaux vitrés tant pour les murs extérieurs qu'intérieurs ou encore pour les cloisons. L'utilisation de panneaux vitrés transparents en tant que fenêtres en est un exemple typique. On utilise également des panneaux vitrés opaques par ex., dans des cloisons.

10 De tels panneaux vitrés doivent parfois répondre à certaines normes de résistance au feu selon lesquelles, en cas d'incendie, le vitrage doit être capable de résister à l'action du feu pendant un temps minimum, d'être absolument étanche aux flammes et pouvoir répondre à certains tests sévères d'isolation  
15 thermique, de façon à ce que le vitrage permette d'éviter la propagation du feu due au rayonnement calorifique qu'il pourrait émettre et de façon à ce qu'il ne s'échauffe pas suffisamment pour provoquer des brûlures graves à toute personne qui toucherait le vitrage pendant son exposition au feu.

20 Le degré de résistance au feu d'un vitrage donné peut être exprimé en fonction du temps pendant lequel ledit vitrage répond à un ou plusieurs des critères énumérés ci-dessus, imposés au cours d'un test durant lequel le vitrage est exposé à une enceinte à l'intérieur de laquelle on élève la température  
25 suivant un programme prédéterminé.

Des vitrages constitués de verre ordinaire n'offrent pas une résistance élevée au feu. Lorsqu'ils sont exposés au feu, ces vitrages prennent une température telle qu'il ne serait pas possible de les toucher sans s'occasionner de sérieuses brûlures. En outre, le rayonnement calorifique qu'émet le  
30 vitrage peut constituer lui-même un danger d'incendie.

On a suggéré d'incorporer à un vitrage, une couche de matière intumescence, par exemple en intercalant une telle matière entre deux feuilles de verre. La matière intumescence  
35 que l'on utilise le plus souvent est du silicate de soude hydraté. Si un tel ensemble feuilleté est exposé au feu, l'eau contenue dans la couche de silicate de soude hydraté est éliminée, la

couche se met à mousser et la matière se transforme en une masse opaque et poreuse qui constitue une barrière thermique très efficace. De plus, au cours d'une telle transformation, la température de la couche reste substantiellement constante, de sorte que  
5 l'échauffement excessif de la feuille de verre disposée du côté opposé au feu est retardé.

On a cependant constaté que des couches de matière intumescence incorporées dans des panneaux transmettant la lumière ont tendance à se détériorer au cours du temps, lorsque ceux-ci  
10 sont exposés au soleil ou à une autre source de chaleur ; ceci a pour résultat que la transformation de la matière intumescence, lorsque le panneau est exposé à l'action du feu, devient moins efficace et, lorsqu'il s'agit de panneaux transparents, on peut observer une perte de transparence.

15 La présente invention fournit des moyens permettant d'augmenter la résistance au vieillissement des vitrages anti-feu et/ou leur degré de résistance au feu.

La présente invention concerne, d'une manière générale, un vitrage anti-feu qui comprend une première feuille  
20 en matériau vitreux ainsi qu'au moins une seconde feuille, caractérisé en ce que au moins une couche de matière intumescence est disposée entre lesdites feuilles et en ce que ledit vitrage comprend au moins une feuille portant au moins un revêtement réfléchissant l'infrarouge isolé de ladite matière intumescence.

25 La couche de matière intumescence est isolée du revêtement réfléchissant l'infrarouge, de façon à éviter toute possibilité de réaction entre eux.

L'avantage de la présente invention, par rapport à un vitrage de dimensions équivalentes mais ne comportant pas de  
30 revêtement réfléchissant l'infrarouge, est fonction, entre autres, du spectre de réflexion du revêtement et, lorsqu'un seul revêtement est prévu, de la position de celui-ci par rapport à la couche de matière intumescence.

On pense actuellement que l'on obtient les avantages les plus importants lorsque la ou les feuilles portant un revêtement, réfléchit (réfléchissent) des quantités importantes de rayonnement infrarouge incident ayant une longueur d'onde courte, comprise, par exemple, entre 0,7 et 3  $\mu$  et lorsque le

vitrage est orienté de manière telle que la ou une des feuilles portant un revêtement protège la matière intumescence vis-à-vis du rayonnement solaire. La plus grande partie de l'énergie infrarouge rayonnée par le soleil se trouve dans cette gamme de longueur d'onde et on pense que c'est cette énergie qui serait responsable pour une large part du vieillissement des panneaux anti-feu du type considéré. Par conséquent, le fait de protéger la matière intumescence au moyen d'une couche réfléchissant l'infrarouge réduit la vitesse de vieillissement des panneaux.

10 Un autre avantage est obtenu lorsque la ou les feuilles portant un revêtement réfléchit (réfléchissent) des quantités importantes de rayonnement de longueur d'onde plus grande seulement, tout en transmettant des quantités importantes du rayonnement infrarouge de courte longueur d'onde. Ceci est dû au fait  
15 que la plus grande partie de l'énergie infrarouge rayonnée par le feu d'un incendie se situe dans de telles longueurs d'ondes plus grandes. Lorsque la ou une des feuilles portant un revêtement se trouve(nt) entre le feu et la matière intumescence, dans ce cas, ladite matière mettra plus de temps pour atteindre une température  
20 donnée et elle constituera ainsi une barrière thermique plus efficace. Le panneau résistera aussi mieux au vieillissement.

On a souvent constaté que les couches réfléchissant l'infrarouge qui réfléchissent des quantités importantes du rayonnement infrarouge de courte longueur d'onde présentent encore  
25 l'avantage de rester efficaces à des longueurs d'ondes plus grandes.

Le panneau peut comprendre deux feuilles portant un revêtement entre lesquelles on place une couche ou chaque couche de matière intumescence, ce qui permet d'éviter de devoir  
30 orienter le panneau de façon particulière.

De préférence, au moins une couche de matière intumescence est intercalée entre la première et la seconde feuille et au moins une feuille de cet ensemble porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge sur une face qui constitue une face  
35 extérieure dudit ensemble feuilleté ; on évite ainsi tout risque de détérioration du revêtement, par réaction avec la matière intumescence.

Le vitrage comprend de préférence au moins une feuille supplémentaire en plus des première et seconde feuilles. Une telle feuille supplémentaire peut, par exemple, être réunie à une face revêtue d'une couche réfléchissante, d'un ensemble feuilleté et elle peut y être collée. On peut réduire ainsi le risque de détérioration d'un tel revêtement soit par abrasion, soit par altération chimique.

Selon des formes de réalisation préférées de l'invention, la ou de telles feuille(s) supplémentaire(s) forme(nt) avec la première et/ou la seconde feuille au moins un espace intermédiaire et au moins une face d'une feuille délimite un tel espace porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge. Ceci présente l'avantage d'éviter substantiellement toute détérioration d'un tel revêtement. Dans de tels cas, on a constaté que la disposition la plus commode était celle selon laquelle une face de la ou d'au moins une telle feuille supplémentaire porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge. Un tel vitrage double permet également d'améliorer l'isolation thermique.

Le vitrage comprend de préférence au moins un revêtement réfléchissant l'infrarouge comprenant un métal appartenant au groupe : aluminium, cuivre, or, argent, palladium. De tels métaux permettent de réaliser des revêtements minces qui sont transparents à la lumière visible et qui réfléchissent intensément le rayonnement infrarouge. Par exemple, une couche d'or de 250 Å d'épaisseur peut offrir une transmission de la lumière visible d'environ 30 %, tout en réfléchissant 90 % du rayonnement infrarouge ayant une longueur d'onde égale à  $2,5 \mu$ .

L'épaisseur d'une couche métallique réfléchissant l'infrarouge peut être choisie en fonction de la réflexion dans l'infrarouge et de la transmission de la lumière visible souhaitées. Par exemple, une couche d'or peut avoir une épaisseur comprise entre 100 Å et 400 Å. En vue d'obtenir une bonne réflexion de l'infrarouge, il convient normalement de choisir un revêtement qui ne soit pas plus mince, et des couches plus épaisses ne donnent pas une transmission lumineuse suffisante pour une utilisation en vitrage transparent. Il y a lieu de noter que des couches métalliques s'avèrent efficaces sur une très large gamme de longueurs d'ondes et, de ce fait, elles permettent de protéger un

vitrage vis-à-vis des radiations infrarouge du soleil ou d'un feu.

On peut combiner des revêtements métalliques avec un ou plusieurs revêtements d'oxyde appliqués au-dessus ou en-dessous des couches métalliques, de façon à réaliser un filtre

- 5 infrarouge, de façon connue en soi. On peut également utiliser, de façon connue, un revêtement d'oxyde, seul ou en combinaison avec d'autres oxydes ou composés métalliques de façon à former des filtres interférentiels. Ainsi donc à titre de variante ou en supplément, il est avantageux de prévoir au moins un revê-  
 10 tement réfléchissant l'infrarouge comprenant un oxyde métallique. De tels oxydes sont, par exemple, des oxydes de silicium, de titane, de zirconium, d'aluminium ou de tantale.

- Les composés métalliques que l'on peut utiliser pour réaliser un revêtement réfléchissant l'infrarouge sont, par  
 15 exemple, des sulfures, des intrures et des carbures.

- Avantageusement, l'oxyde métallique est choisi dans le groupe des oxydes réfléchissant l'infrarouge lointain. Par exemple, une couche d'oxyde d'indium peut donner de bons résultats, spécialement en ce qui concerne la gamme du rayonnement in-  
 20 frarouge présentant une grande longueur d'onde, par exemple  $3\mu$  ou plus. On peut également utiliser à cette fin, d'autres oxydes, par exemple de l'oxyde d'étain. Une telle couche d'oxyde métallique peut, comme on le sait, contenir un agent dopant, par exemple des ions de chlore ou de fluor ou encore des ions d'arsenic  
 25 ou d'antimoine. L'épaisseur de telles couches d'oxyde est de préférence comprise entre 1.000 Å et 6.000 Å.

La matière intumescence peut comprendre un sel métallique hydraté. Ci-après quelques exemples de sels métalliques que l'on peut utiliser sous forme hydratée :

- 30 Aluminates : par exemple aluminate de sodium ou de potassium.  
 Plombates : par exemple plombate de sodium ou de potassium.  
 Stannates : par exemple stannate de sodium ou de potassium.  
 Aluns : par exemple sulfate de sodium - aluminium  
 ou sulfate de potassium - aluminium.  
 35 Borates : par exemple borate de sodium  
 Phosphates : par exemple orthophosphates de sodium, orthophosphates de potassium et phosphate d'aluminium.

On peut également employer dans la ou les couches incorporant un matériau intumescent, des silicates de métal alcalin hydratés, tels que par exemple du silicate de soude.

De telles substances possèdent d'excellentes propriétés qui permettent de répondre au but poursuivi. Elles permettent, dans de nombreux cas, de former des couches transparentes qui adhèrent bien à du verre ou à un matériau vitrocristallin. Lorsqu'on chauffe suffisamment, l'eau présente dans la couche entre en ébullition et la couche se met à mousser, de sorte que  
10 le sel métallique hydraté est converti en un corps solide opaque poreux ou cellulaire qui présente une isolation thermique élevée et continue à adhérer au verre ou au matériau vitrocristallin.

Ce phénomène est particulièrement important, étant  
15 donné que, même si toutes les feuilles que comporte le vitrage craquent ou se brisent sous l'effet du choc thermique, celui-ci gardera néanmoins toute son efficacité en tant que barrière vis-à-vis de la chaleur et des fumées, puisque les fragments des feuilles sont maintenus en place par le sel métallique qui s'est  
20 transformé.

Selon certaines formes de réalisation de l'invention, on utilise une couche de matière intumescence qui est simplement translucide ; de préférence toutefois, on utilise une matière qui forme une couche solide transparente à température  
25 ambiante.

L'utilisation de silicate de soude hydraté est spécialement avantageuse, étant donné que cette matière forme facilement des couches transparentes solides.

De préférence, lesdites première et seconde feuilles  
30 les ainsi qu'au moins une telle couche de matière intumescence forment un vitrage feuilleté dont les différentes feuilles sont assemblées face contre face.

Avantageusement, on place entre les première et seconde feuilles au moins une membrane en matière plastique et,  
35 sur la face opposée de la ou desdite(s) membrane(s), des couches de matière intumescence. Cette variante présente des propriétés particulières, en ce qui concerne la résistance au feu. Lorsqu'un vitrage comportant un tel ensemble feuilleté est exposé au feu,

c'est la couche qui est la plus proche du foyer d'incendie qui s'expanse. Pendant que cette couche s'échauffe, l'autre couche de matière intumescente est maintenue à une température quelque peu inférieure, jusqu'à ce que la transformation de la première

5 couche soit complète. Ceci prolonge le temps nécessaire pour que la feuille la plus éloignée du feu atteigne une température donnée et réduit aussi toute tendance de cette feuille à s'échauffer non-uniformément. Ceci réduit, à son tour, la possibilité de rupture de ladite feuille par choc thermique.

- 10 De préférence, la ou au moins une couche de matière intumescente a une épaisseur comprise entre 0,1 et 8 mm. Des couches de cette épaisseur peuvent être transformées de façon à constituer des barrières anti-feu très efficaces. Il est bien évident que l'efficacité d'une barrière anti-feu réalisée à partir
- 15 d'une couche de matière donnée sera fonction de son épaisseur, mais on observera également que la transparence d'une telle couche sera moindre lorsque l'épaisseur augmente.

- De préférence, un vitrage conforme à l'invention est transparent et, de préférence également, chaque feuille dont
- 20 il est constitué est une feuille de matériau vitreux.

- Avantageusement, le vitrage peut comprendre une feuille de verre trempé. Une feuille de verre trempé est capable de résister à des chocs thermiques considérables. L'utilisation de feuilles de verre trempées chimiquement est particulièrement
- 25 recommandée.

- La présente invention sera mieux comprise à la lecture des exemples décrits ci-après. Ces exemples se réfèrent aux figures 1 à 5 qui sont des vues en coupe détaillées de 5 formes de réalisation de vitrages anti-feu transparents à la lumière,
- 30 conformes à l'invention.

- La figure 1 représente un panneau creux comprenant une première feuille de matériau vitreux 1, une première couche de matière intumescente 2, une membrane en matière plastique 3, une seconde couche de matière intumescente 4 et une seconde feuille
- 35 de matériau vitreux 5 qui sont assemblées sous forme d'un ensemble feuilleté. Le panneau comprend encore une feuille supplémentaire de matériau vitreux 6 qui est maintenue en relation



espacée par rapport à l'ensemble feuilleté. L'espace intermédiaire 7 qui sépare l'ensemble feuilleté de la feuille supplémentaire 6 est maintenu au moyen d'un élément espaceur 8 et le vitrage ainsi constitué est assemblé au moyen d'un cadre profilé 9.

- 5 La face de cette feuille supplémentaire 6 qui délimite l'espace intermédiaire 7 porte un revêtement de matière réfléchissant l'infrarouge 10.

- La figure 2 représente également un panneau creux et, dans cette figure, l'ensemble feuilleté est constitué par une
- 10 première feuille de matériau vitreux 11, une couche de matière intumescence 12, une membrane de matière plastique 13, une seconde couche de matière intumescence 14, et une seconde feuille de matériau vitreux 15. Ce panneau comprend également une feuille supplémentaire 16 qui est espacée de l'ensemble feuilleté. L'espace 17
- 15 est maintenu au moyen d'un élément espaceur 18 et le panneau est assemblé au moyen d'un cadre profilé 19. Dans ce panneau, chaque face de feuille qui communique avec l'espace 17 porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge 20. Ces revêtements peuvent être constitués par le même matériau ou des matériaux différents.

- 20 La figure 3 représente un panneau creux triple, dans lequel la matière intumescence est protégée de deux côtés vis-à-vis du rayonnement infrarouge. L'ensemble feuilleté est constitué d'une première ainsi que d'une seconde feuille 21 et 25 de matériau vitreux entre lesquelles deux couches de matière
- 25 intumescence 22 et 24 sont intercalées de chaque côté d'une membrane en matière plastique 23. A une certaine distance de chaque côté de l'ensemble feuilleté, on place, une feuille supplémentaire de matériau vitreux 26 et les espaces 27 qui séparent les feuilles sont maintenus au moyen d'éléments espaceurs 28 et d'un cadre
- 30 profilé 29. On applique des revêtements réfléchissant l'infrarouge 30 sur chacune des faces des feuilles supplémentaires en matériau vitreux 26 qui délimitent un des espaces intermédiaires 27. Il est habituellement plus pratique que les deux feuilles supplémentaires 26 ainsi que les couches 30 qui y sont appliquées
- 35 soient identiques, bien que cette condition ne soit pas obligatoire.

On peut noter que, dans chacun des panneaux illustrés par ces 3 figures, 1 ou les revêtements réfléchissant l'infrarouge est ou sont appliqué(s) sur une face de feuille se trou-

vant à l'intérieur du vitrage, de sorte qu'elle(s) est ou sont protégée(s) contre toute détérioration mécanique ou attaque chimique.

La figure 4 représente un panneau de construction plus simple constitué d'un ensemble feuilleté comprenant deux

- feuilles de matériau vitreux 31 et 33 liées au moyen d'une couche de matière intumescence 32. La seconde feuille de matériau vitreux 33 porte sur une de ses faces qui forment une face extérieure de l'ensemble, un revêtement 34 réfléchissant l'infrarouge. En variante, l'autre face extérieure (c'est-à-dire une face de la première feuille 31) peut également porter un revêtement réfléchissant l'infrarouge, le vitrage est entouré d'un cadre profilé 35.

- La figure 5 illustre un autre panneau constitué d'un ensemble feuilleté comprenant de la matière intumescence. Cet ensemble feuilleté comprend une première feuille de matériau vitreux 41, une première couche de matière intumescence 42, une membrane en matière plastique 43, une seconde couche de matière intumescence 44 et une seconde feuille de matériau vitreux 45 qui porte une couche réfléchissant l'infrarouge 46 sur sa face extérieure. L'ensemble feuilleté constitue un panneau compacte comprenant un cadre profilé 47.

#### Exemple 1

- On a fabriqué un vitrage tel que représenté schématiquement à la figure 1.

- Chaque feuille de matériau vitreux 1, 5 et 6 est constituée de verre sodo-calcique de composition ordinaire et a une épaisseur de 3 mm. Les couches de matière intumescence 2 et 4 sont constituées chacune de silicate de sodium hydraté et ont une épaisseur de 2,5 mm ; elles sont disposées de chaque côté d'une membrane 3 en polyvinyl butyral dont l'épaisseur est de 0,76 mm.

- Pour obtenir les couches 2 et 4, on utilise une solution de silicate de sodium possédant les propriétés suivantes :

- proportion en poids  $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Na}_2\text{O}} = 3,4$

Viscosité	200 centipoises
Densité	37° à 40° Baumé

Cette solution est versée sur une face de chacune des feuilles 1 et 5 disposées préalablement dans une position sensiblement horizontale. Le versage est effectué à une température de 20° C. et on laisse la solution s'étaler sur les feuilles de verre. La couche est ensuite séchée à l'aide d'un courant d'air chaud. Ce séchage a pour but d'éliminer l'excédent d'eau contenu dans la solution et de laisser sur chaque feuille une couche de silicate de sodium hydraté.

Après l'obtention des couches de silicate de sodium hydraté sur les feuilles, on procède à l'assemblage en plaçant les feuilles de chaque côté d'une membrane de polyvinyl butyral de 0,76 mm d'épaisseur comme représenté à la figure 1.

Pour réaliser l'ensemble feuilleté, on dispose les feuilles et la membrane dans une enceinte dans laquelle on peut faire le vide. La réduction de pression a pour but d'éliminer l'air qui est emprisonné entre les différents éléments de l'ensemble feuilleté. Toujours sous vide, on élève la température jusqu'à 80°C., de façon à obtenir un précollage. Après le précollage, on procède à l'assemblage de manière classique sous une pression de 15 kg/cm<sup>2</sup> et à une température de 130°C.

Cet ensemble feuilleté est ensuite assemblé à la feuille de verre supplémentaire 6 maintenue en relation espacée au moyen d'un cadre profilé 9 et d'un élément espaceur 8. L'espace intermédiaire 7 qui sépare les couches est rempli d'air déshydraté et, afin de maintenir l'air dans cet état déshydraté, le profilé 9 est collé sur toute la périphérie du panneau. Sur la surface de la feuille supplémentaire 6 qui est dirigée vers l'intérieur du panneau, on a appliqué préalablement un revêtement réfléchissant l'infrarouge 10 constitué d'une couche d'or de 150 Å d'épaisseur obtenue par évaporation sous vide.

Lorsqu'un vitrage anti-feu conforme au présent exemple est exposé au feu, on constate que la couche de silicate de sodium hydraté appliquée sur la feuille qui est la plus proche du feu se transforme en une barrière anti-feu opaque constituée de silicate de sodium anhydre. Cette barrière anhydre est plus épaisse que la couche hydratée à partir de laquelle elle est formée et constitue un écran très efficace au rayonnement infrarouge. Au cours de la transformation, l'eau d'hydratation est éliminée et contribue à limiter l'élévation de température

de cette couche. Au cours de cette phase, la membrane en matière plastique contribue à une uniformisation de la température sur toute la surface du vitrage et toute élévation de température locale dans la première couche se trouve répartie sur des zones  
5 plus grandes de la seconde couche. Lorsque cette première couche est déshydratée, l'autre couche de silicate de sodium hydraté se transforme à son tour, en écran poreux opaque de silicate de sodium anhydre.

Ces phénomènes permettent de maintenir la face du  
10 vitrage anti-feu qui n'est pas directement soumise à l'action du feu à une température acceptable pendant un temps assez long.

On a comparé ce vitrage à un autre vitrage anti-feu similaire mais ne comportant pas de revêtement réfléchissant l'infrarouge.

15 Lorsque le vitrage ne présentant pas de revêtement réfléchissant l'infrarouge est exposé au rayonnement solaire, il se dégrade au cours du temps. Les couches de matière intumescence s'opacifient de plus en plus et des bulles apparaissent dans les couches de silicate. Cette dégradation ne se produit pas ou du  
20 moins n'apparaît pas avant un temps assez long lorsqu'il s'agit d'un vitrage conforme au présent exemple, pour autant que le vitrage soit placé de façon à ce que le rayonnement solaire rencontre la couche réfléchissant l'infrarouge 10 portée par la feuille 6 avant d'atteindre l'ensemble feuilleté qui contient la matière  
25 intumescence. En outre, lorsqu'un incendie éclate du côté de la première feuille 1 du vitrage, on constate qu'une telle couche réfléchissant l'infrarouge retarde l'échauffement de la feuille supplémentaire 6, ce qui augmente ainsi le temps pendant lequel on peut toucher la feuille sans risque de brûlure sérieuse.

30 A titre de variante, les couches intumescences 2 et 4 peuvent être constituées de silicate de potassium hydraté en lieu et place de silicate de sodium hydraté.

Comme seconde variante, une ou les deux feuilles de verre que comporte l'ensemble feuilleté peut (peuvent) être  
35 remplacée(s) par une feuille de matériau vitrocristallin.

Selon une troisième variante, le revêtement réfléchissant l'infrarouge est du palladium.

Selon une quatrième variante, les couches de

matière intumescente sont constituées de sulfate de sodium aluminium hydraté ; dans ce cas, la température d'assemblage doit être maintenue en-dessous de 80° C. de façon à éviter une expansion prématurée de la matière.

5 Selon une cinquième variante, les différentes feuilles ne sont pas collées l'une à l'autre pour constituer un ensemble feuilleté ; elles sont simplement maintenues ensemble par pinçage.

L'adoption de l'une quelconque des variantes citées ci-dessus, conduit à des avantages analogues à ceux qui viennent d'être décrits.

#### Exemple 2

On a fabriqué un vitrage semblable à celui décrit dans l'exemple 1 et tel que représenté schématiquement à la figure 1, ce vitrage est en tous points identique à celui de l'ex-  
15 exemple 1 ; sauf le revêtement réfléchissant l'infrarouge 10 qui est remplacé par un système de couches interférentiel.

Sur la feuille supplémentaire 6 on applique successivement, par une technique de sputtering bien connue, une  
20 couche d'oxyde de bismuth de 100 Å d'épaisseur, une couche d'or de 150 Å et une seconde couche d'oxyde de bismuth ayant, celle-ci, une épaisseur de 400 Å.

On donne ainsi au vitrage une teinte grise en réflexion ; ce vitrage présente des avantages analogues à ceux  
25 énumérés à l'exemple 1.

#### Exemple 3

On a réalisé un vitrage tel que décrit à l'exemple 1 et tel que représenté schématiquement à la figure 1. Cependant, avant l'assemblage du vitrage, la face de la première  
30 feuille de verre 1 qui doit constituer une face extérieure du vitrage est recouverte d'un revêtement comprenant de l'oxyde d'étain dopé à l'oxyde d'antimoine (non représenté sur la figure).

Ce revêtement a une épaisseur de 5.000 Å et est formé de manière connue, à partir d'une solution des chlorures  
35 correspondants (par exemple  $\text{SnCl}_4$  et  $\text{SbCl}_3$ ).

Un tel vitrage présente également des avantages semblables à ceux décrits à l'exemple 1. De plus, grâce aux propriétés de réflexion du rayonnement infrarouge qu'elle possède, cette couche d'oxyde d'étain sert à retarder la détérioration

du vitrage lorsqu'elle est placée entre lesdites couches et un foyer d'incendie ; de ce fait, on maintient ainsi la feuille de verre supplémentaire 6 à une température acceptable pendant un laps de temps plus important. Cette couche empêche également la propagation de l'incendie par rayonnement du feu au travers du vitrage, même lorsque ledit vitrage est encore transparent.

#### Exemple 4

Un vitrage a été fabriqué suivant la figure 2, il comprend deux feuilles de verre solocalcique 11 et 15 ayant chacune une épaisseur de 5 mm ainsi que deux couches de matière intumescence 12 et 14 de phosphate de sodium hydraté ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ ) ayant chacune 5 mm d'épaisseur et qui sont séparées par une membrane 13 en polyvinyl butyral ayant une épaisseur de 0,76 mm.

Les couches 12 et 14 de phosphate de sodium hydraté sont obtenues en appliquant une solution aqueuse de phosphate de sodium sur les feuilles de verre ; celles-ci sont ensuite chauffées à 100°C., de façon à éliminer l'excédent d'eau sans, bien entendu, transformer le phosphate de sodium hydraté en matière anhydre.

Après refroidissement, les feuilles sont assemblées avec leur couche de matière intumescence disposées de chaque côté d'une membrane en polyvinyl butyral, de façon à constituer un ensemble feuilleté, en utilisant un procédé semblable à celui décrit dans l'exemple 1 ; toutefois, dans ce cas, la température de collage est maintenue en-dessous de 100°C.

Cet ensemble feuilleté est réuni à une feuille de verre supplémentaire 16 qui a une épaisseur de 3 mm.

Avant l'assemblage, les faces des deux feuilles de verre 15 et 16 devant être dirigées vers l'espace intermédiaire 17 sont revêtues chacune d'une couche 20 de cuivre de 100 Å d'épaisseur déposée par évaporation sous vide.

Ce vitrage présente les mêmes avantages que ceux décrits à l'exemple 1.

A titre de variante, un ou les deux revêtements de cuivre 20 peut (peuvent) être remplacé(s) par un revêtement d'aluminium.

Selon une seconde variante, les couches de matière

intumescence 12 et 14 sont en silicate de sodium hydraté.

L'une et l'autre de ces variantes procurent des avantages similaires à ceux obtenus avec le vitrage précédemment décrit.

5 Exemple 5

On a réalisé un vitrage anti-feu transparent tel que représenté schématiquement à la figure 3 et dans lequel un ensemble feuilleté 21 à 25, conforme à celui décrit à l'exemple 1, est fixé entre deux feuilles de verre supplémentaires 26 de 3 mm d'épaisseur dont il se trouve espacé. Des revêtements réfléchissant l'infrarouge 30 ont été déposés sur les faces de ces deux feuilles supplémentaires dirigées vers l'intérieur du vitrage.

L'un de ces revêtements est une couche d'or de 150 Å déposée de manière identique à celle indiquée à l'exemple 1, tandis que l'autre revêtement est constitué d'oxyde d'indium dopé par des ions d'étain. Ce dernier revêtement a une épaisseur de 2.000 Å et est obtenu par pyrolyse des chlorures correspondants.

Ce vitrage présente des avantages semblables à ceux offerts par le vitrage décrit à l'exemple 3.

On peut également obtenir un résultat semblable lorsque les deux couches réfléchissant l'infrarouge sont constituées d'une même matière. Par exemple, à titre de variante, les deux couches peuvent être des couches d'or.

Selon une autre variante, la couche d'oxyde d'indium peut être remplacée par une couche de nitrure de titane.

Une telle couche de nitrure de titane est obtenue de façon connue, par une technique de cathode sputtering.

Exemple 6

On a réalisé un vitrage selon la figure 4 comprenant une feuille de verre 31 de 4 mm d'épaisseur sur laquelle on a appliqué une couche 32 de silicate de sodium hydraté de 2,5 mm d'épaisseur, suivant la méthode décrite à l'exemple 1. Une seconde feuille de verre 33 est revêtue d'une couche d'or 34 de 250 Å d'épaisseur qui sert de couche réfléchissant l'infrarouge. Ces feuilles sont ensuite assemblées et maintenues au moyen d'un cadre 35 comme représenté.

Tout comme dans les exemples précédents, on constate que par orientation appropriée du vitrage, la couche intu-

mescente est protégée vis-à-vis du rayonnement solaire infrarouge ce qui permet de réduire considérablement la dégradation du panneau par vieillissement.

D'autre part, si on souhaite utiliser un tel vitrage comme cloison intérieure dans un immeuble, par exemple une cloison séparant un atelier d'un couloir, il est plus indiqué d'orienter le vitrage, de façon à ce que sa surface réfléchissante soit dirigée vers l'atelier, étant donné que le danger d'incendie est plus grand dans l'atelier que dans le couloir. Dans un tel cas, si un incendie éclate dans l'atelier, le rayonnement infrarouge sera réfléchi, de sorte que le vitrage garde plus longtemps son intégrité, et, le côté couloir de la cloison reste à une température acceptable pendant plus longtemps.

Selon une variante particulièrement intéressante, les deux faces extérieures du vitrage portent un revêtement réfléchissant l'infrarouge. Par exemple, une face peut recevoir une couche d'or, tandis que l'autre face est revêtue d'une couche d'oxyde d'étain dopé par des ions de fluor. Un tel revêtement peut être obtenu de façon classique à partir d'une solution de  $\text{Sn Cl}_4$  et de  $\text{NH}_4\text{F.HF}$ .

Selon une seconde variante, le revêtement 34 peut être constitué d'une couche d'argent de 100 Å d'épaisseur.

Selon une troisième variante, on peut appliquer sur un revêtement réfléchissant l'infrarouge une couche protectrice en silice. La silice peut former un revêtement dur qui protège la couche réfléchissante contre toute détérioration due à des manipulations ou à l'ambiance.

#### Exemple 7

On a fabriqué un vitrage suivant la figure 5 dans lequel les feuilles 41 et 45 sont chacune en verre sodocalcique de 5 mm d'épaisseur. Chaque feuille est revêtue d'une couche de 2,5 mm de silicate de sodium hydraté (42 ou 44) et ces feuilles sont ensuite assemblées de chaque côté d'une membrane 43 en polyvinyl butyral de 0,38 mm d'épaisseur, de façon à former un ensemble feuilleté semblable à celui décrit à l'exemple 1. L'ensemble feuilleté est collé à un cadre profilé 47 en utilisant une matière adhésive à base de néoprène, de façon à isoler la matière intumescente de l'atmosphère.



Avant l'assemblage de l'ensemble feuilleté, une face de la seconde feuille de verre 45 est revêtue d'une couche 46 réfléchissant l'infrarouge composée d'oxyde d'étain dopé par des ions de fluor et épaisse de 4.000 Å. Un tel revêtement peut  
5 être réalisé de la manière décrite à l'exemple 6.

Lorsqu'un tel vitrage est placé avec la surface réfléchissant l'infrarouge dirigée vers le feu, des radiations infrarouge sont renvoyées vers le feu et l'on réduit considérablement le danger de propagation de l'incendie par rayonnement  
10 au-travers du vitrage, alors que celui-ci est encore transparent; en outre, on augmente aussi le temps nécessaire pour que l'autre face du vitrage atteigne une température donnée.

Un tel revêtement d'oxyde présente encore l'avantage d'une très grande transparence à la lumière visible ce qui  
15 est très utile lorsque le vitrage est destiné à être placé dans une cloison intérieure d'un bâtiment.

A titre de variante, la membrane 43 peut être en chlorure de polyvinyl au lieu de polyvinyl butyral.

#### Exemple 8

20 On a fabriqué un vitrage tel que décrit à l'exemple 7 ; mais dans lequel la première feuille de verre 41 reçoit également un revêtement réfléchissant l'infrarouge avant l'assemblage. Ce revêtement (non représenté sur la figure) est une couche d'or de 150 Å d'épaisseur.

25 Un tel vitrage permet d'obtenir des avantages semblables à ceux décrits à l'exemple 7 (excepté que sa transparence à la lumière visible sera moindre) ; de plus, la couche d'or permet son exposition au rayonnement solaire sans risque de dégradation substantiel.

30 A titre de variante à cet exemple, ou à tout autre exemple, une ou plusieurs feuilles de verre peut (peuvent) avoir été soumise(s) à un traitement de trempe chimique. Une feuille de verre trempée chimiquement est très résistante au choc thermique.

REVENDEICATIONS

1. Vitrage anti-feu comprenant une première feuille en matériau vitreux et au moins une seconde feuille caractérisé en ce que au moins une couche de matière intumescente est disposée entre lesdites feuilles et en ce que ledit vitrage comprend au moins une feuille portant au moins un revêtement réfléchissant l'infrarouge isolé de ladite matière intumescente.

2. Vitrage selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'au moins une telle couche de matière intumescente est intercalée entre lesdites première et seconde feuilles et en ce qu'au moins une feuille de cet ensemble porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge sur une face qui constitue une face extérieure dudit ensemble feuilleté.

3. Vitrage selon une des revendications 1 et 2, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une feuille supplémentaire en plus desdites première et seconde feuilles.

4. Vitrage selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'une telle ou de telles feuille(s) supplémentaire(s) forme(nt) avec ladite première et/ou ladite seconde feuille au moins un espace intermédiaire et en ce qu'au moins une face d'une feuille délimitant ledit espace porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge.

5. Vitrage selon une des revendications 3 et 4, caractérisé en ce qu'une face de la ou d'au moins une telle feuille supplémentaire porte un revêtement réfléchissant l'infrarouge.

6. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisé en ce qu'il comprend au moins un revêtement réfléchissant l'infrarouge comprenant un métal appartenant au groupe : aluminium, cuivre, or, argent, palladium.

7. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce qu'il comprend au moins un revêtement réfléchissant l'infrarouge comprenant un oxyde métallique.

8. Vitrage selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'un tel oxyde métallique est choisi dans le groupe des oxydes réfléchissant l'infrarouge lointain.

9. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que ladite matière intumescente comprend du

silicate de soude hydraté.

10. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 9, caractérisé en ce que lesdites première et seconde feuilles ainsi qu'au moins une telle couche de matière intumescence forment un vitrage feuilleté dont les différentes feuilles sont assemblées face contre face.

11. Vitrage selon la revendication 10, caractérisé en ce que l'on place entre lesdites première et seconde feuilles, au moins une membrane en matière plastique et, sur les faces opposées de la ou desdites membrane(s), des couches de matière intumescence.

12. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que la ou au moins une telle couche de matière intumescence a une épaisseur comprise entre 0,1 et 8 mm.

13. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 12, caractérisé en ce qu'il est transparent.

14. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que chaque feuille dont il est constitué est une feuille de matériau vitreux.

15. Vitrage selon l'une des revendications 1 à 14, caractérisé en ce qu'il comprend au moins une feuille de verre trempé.

